

DERWENT-ACC-NO: 1985-246628

DERWENT-WEEK: 198540

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Conductive fibre prodn. - comprises chemically plating polyester fibre with metal

PRIORITY-DATA: 1984JP-0015447 (January 31, 1984)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 60162868 A	August 24, 1984	N/A	007	N/A
JP 91077306 B	December 10, 1991	N/A	000	N/A

INT-CL (IPC): D01D005/25, D01F006/62 , D06M011/00 , D06M101/32

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 60162868A

BASIC-ABSTRACT:

A method to produce an electric conductive polyester fibre assembly comprises chemically plating a metal on the surface of fibre. A polyester fibre assembly is used, whose single **fibre has a star**-like cross-section having 3 or more radial projective parts, each having 2 or more radially extending branches, meeting the equations L ranges from 0.5 to 3, inclusive and L/R ranges from 0.3 to 2, inclusive, where L is the min. distance between adjacent radial branches in micrometer and R is the min. radius of circle contacting with the top ends of radial branches of each projective part of single fibre in micrometer.

----- KWIC -----

Basic Abstract Text - ABTX (1):

A method to produce an electric conductive polyester fibre assembly comprises chemically plating a metal on the surface of fibre. A polyester fibre assembly is used, whose single **fibre has a star**-like cross-section having 3 or more radial projective parts, each having 2 or more radially extending branches, meeting the equations L ranges from 0.5 to 3, inclusive and L/R ranges from 0.3 to 2, inclusive, where L is the min. distance between adjacent radial branches in micrometer and R is the min. radius of circle contacting with the top ends of radial branches of each projective part of single fibre in micrometer.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-162868

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)8月24日

D 06 M 11/00
D 01 D 5/253
D 01 F 6/62

7199-4L
6613-4L
6791-4L

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 導電性フィラメントの製造方法

⑯ 特 願 昭59-15447

⑰ 出 願 昭59(1984)1月31日

⑱ 発 明 者 井 村 文 平 安城市小川町鹿乗1の126
⑱ 発 明 者 松 本 哲 夫 岡崎市大和町香市場49-6
⑱ 発 明 者 市 橋 瑛 司 岡崎市戸崎新町6-38
⑱ 発 明 者 市 川 美 保 子 豊田市千足町1丁目1番地39
⑲ 出 願 人 日本エステル株式会社 岡崎市日名北町4番地1
⑳ 代 理 人 弁理士 児玉 雄三

明 細 書

1. 発明の名称

導電性フィラメントの製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) ポリエステルフィラメントの表面に化学メッキを施すに際し、ポリエステルフィラメントの単繊維の断面形状が三個以上の放射状に延びる主幹と該主幹には主幹をはさんで反対方向に伸びる二個以上の突起部を有し、下記の式(1)および(2)を満足する異形断面糸を用いて化学メッキをすることを特徴とする導電性フィラメントの製造方法。

$$0.5 \leq L \leq 3 \quad (1)$$

$$0.3 \leq L/R \leq 2 \quad (2)$$

(ただし式中、Lは隣接する主幹に付属する突起部間の最小距離(ミクロン)を示し、Rは三個以上の突起部に外接する最小の円の半径(ミクロン)を示す。)

3. 発明の詳細な説明

A. 本発明の技術分野

本発明は、導電性フィラメントの製造方法に関するものである。さらに詳しくは、ポリエステルフィラメントの表面に化学メッキを施すに際して、ポリエステルフィラメントに異形断面糸を用いて化学メッキ浴を通過させ、異形断面糸の細溝部の毛管現象により、該細溝部にのみ所望の厚さの金属被膜を形成させ、染色性に優れた導電性フィラメントを製造する方法に関するものである。

B. 従来例とその問題点

従来、プラスチック表面に化学メッキを施すには、脱脂、増感、活性化等の前処理を行った後、化学メッキ主浴に浸漬させるのが普通であり、さらに基材表面の濡れを良好にして触媒の吸着および付着能を向上させたり、あるいは基材と金属との付着性、密着性の向上を目的として機械エッチング、化学エッチング等の表面処理を併用することが多い。

しかしながら、本発明の如く、基材として合線フィラメントを使用する場合は、機械エッチングは効果的でなく、また化学エッチングも短時間で

均一に繊維表面をエッチングするような効果的な方法は未だ見出しされていないのが現状である。

したがって、合繊フィラメントを通常の脱脂、増感、活性化の前処理を行って化学メッキを施した場合は、比較的繊維数の多いマルチフィラメントでは、繊維間に生じた毛管現象によりある程度の触媒が吸着されて化学メッキにより、金属被膜が比較的容易に形成し得るが、モノフィラメントあるいは比較的繊維数の少ないマルチフィラメントでは毛管現象による触媒吸着能が十分でなく、フィラメント表面を十分に活性にすることができないために、繊維表面に金属被覆むらを起こしたり、あるいは全く金属被膜が形成されないなどの欠点があった。

これらの欠点を解消する方法として、特公昭46-13960号公報で合繊マルチフィラメントを脱脂、増感、活性化等の前処理を施した後、化学メッキ主浴に浸漬するに先立って、あらかじめ細管等の断面積の小さい化学メッキ浴中を通過させることによって、繊維表面に初期金属被膜を形成

させ、しかる後に該フィラメントを、化学メッキ主浴を通過させて所望の厚さの金属被膜にまで成長させる方法があるが、これには特殊な装置を必要とし、経済的にも好ましくないし、特定の部分にのみ化学メッキ金属被膜を形成させることができないため、導電性に優れた繊維とはなし得ても染色性には乏しく、衣料用としての用途は限られていた。

C. 本発明の目的

本発明は、異形断面糸細溝部内部表面には、均一な金属被膜を容易に形成させるが、他の外部表面には金属被膜を生じないことを利用して染色性を有する導電性フィラメントを得る方法を提供するものである。

D. 本発明の構成

本発明は次の構成を有する。

ポリエステルフィラメントの表面に化学メッキを施すに際し、ポリエステルフィラメントの単繊維の断面形状が三個以上の放射状に延びる主幹と該主幹には主幹をはさんで反対方向に伸びる二個

個以上の突起部を有し、下記の式(1)および(2)を満足する異形断面糸を用いることを特徴とする導電性フィラメントの製造方法である。

$$0.5 \leq L \leq 3 \quad (1)$$

$$0.3 \leq L/R \leq 2 \quad (2)$$

(ただし式中、Lは隣接する主幹に付属する突起部間の最小距離(ミクロン)を示し、Rは三個以上の突起部に外接する最小の円の半径(ミクロン)を示す。)

本発明に用いるポリエステルフィラメントとは、エチレンテレフタレートを繰り返し単位とするポリエチレンテレフタレートが好ましく使用され、必要に応じて該繰り返し単位を85%以上含有する共重合ポリエステルを用いることができ、更に必要に応じて脱消剤、改質剤、安定剤などを添加しても何らさしつかえない。

化学メッキを施すに先立って行われる脱脂、増感および活性化の前処理としては、通常のいずれの方法も採用しうるが、脱脂工程は中性洗剤またはアルカリ性洗剤の使用が好ましく、増感工程は

塩化第一錫-塩酸系増感剤中で短時間処理すれば十分その目的を達成し得る。また、続いて行われる活性化工程は塩化パラジウム-塩酸系活性化剤中で極めて短時間で処理すればよい。なお、脱脂工程と増感工程の間でアルカリ減量処理を施し、表面に微細な凹凸を生じさせておくことがフィラメントと金属被膜との密着力を強化するうえで好ましい。

必要に応じ、以上の前処理を行った後、化学メッキにより、ニッケル、銅、クロム、コバルト、銀等の金属を付着させる。本発明において、メッキの容易さ、安定性および経済性等により、メッキは銅あるいはニッケルの使用が好ましい。化学ニッケルメッキ浴としては特にニッケル塩-次亜リン酸塩系酸性浴の使用が好ましく、また銅メッキ浴としては銅塩-ホルマリン系浴があげられる。特に連続製造の見地からいって、メッキ速度が速くかつ浴の安定性に優れた化学ニッケルメッキ浴の使用が望ましい。かくして合繊フィラメント表面に厚さ0.005~2ミクロンの金属が均一に付着し

た、体積固有抵抗 $10^7 \sim 10^8 (\Omega \text{cm})$ の優れた導電性フィラメントが得られる。

本発明の原理は次のとおりである。すなわち、異形断面を有したポリエステルフィラメントの表面に化学メッキを施すに際し、異形断面系細溝部内部表面には均一にメッキされ、他の外部表面にはメッキされないことにより、染色性を損うことなく導電性を有することができるのである。

本発明に用いる異形断面系とは、放射状に延びる三個以上、好ましくは五個以下の主幹には、主幹をはさんで反対方向に延びる二個以上の突起部を有したものであって、式(1)に示したように隣接する主幹に付属する突起部間の最小距離(L)が 0.5μ より大きく、かつ 3μ 未満である必要がある。(L)が 0.5μ 以下の場合、狭すぎてメッキ液が入っていかず、 3μ 以上の場合には毛管現象が起こらずメッキされにくくなる。

さらに式(2)に示すように、(L)と三個以上の突起部に外接する円の半径(R)との比が0.3より大きく、2未満でなければならない。(L/R)が0.3

以下のときは、細溝部が細くなりすぎ細溝部にメッキがされにくくなり好ましくなく、2以上の場合は細溝部の口が広すぎメッキされにくいいため好ましくない。

なお、放射状に延びる主幹の数が三個未満では細溝部が平面的になりメッキが付きにくい。

また、それぞれの主幹先端部に設けた突起部の数についても同様のことが言えるため好ましくない。しかしながら、主幹および突起部の数は無制限に多くすることは好ましくなく、必要以上に数を多くした場合、該糸条を紡糸する際に各種形状をしたオリフィスの形状が複雑になるためその製作費用は高いものとなり、更にオリフィスの面積が大きくなり、紡糸時において断糸などのトラブルを引き起こし易くなるなどの理由から五個以下とするのが好ましい。

E. 本発明の作用効果

図面を用いて本発明の作用効果を説明する。

第1図は本発明のポリエステル異形断面系の(1)および(2)を説明するための模式図を、第2図は突

際に得られた本発明に係る化学メッキされた異形断面系の一実施態様例で、後述する実施例1で得られたものの拡大図である。

(1)および(2)の測定は、顕微鏡を用いて撮影した単繊維の断面写真を適宜拡大し、少なくとも三つの突起部を外接する半径のうち最小のものと隣接する主幹に付属する突起部間の最小距離を測定後、拡大倍率を考慮して(1)および(2)を算出する。

第3図A、B、C、Dは本発明の異形断面系を得るためのオリフィス断面のいくつかの例を示すものである。

本発明に係る異形断面系を得るために好適に用いられる前記オリフィスのディメンジョンを第3図Aを例にとって説明する。 H_0 は異形断面系の主幹部を形成する部分に対応するオリフィスのスリット長を、 W_0 はその幅を示し、一方 H_1 は突起部を形成する部分に対応するオリフィスのスリット長を、 W_1 はそのスリット幅を示す。本発明のような極めて特異な断面形状を有する繊維を製造するためには、前記 H_0 としては $1.5 \sim 3 \text{mm}$ 、 W_0 として

は $0.03 \sim 0.10 \text{mm}$ 、また H_1 としては $0.8 \sim 3 \text{mm}$ 、 W_1 としては $0.03 \sim 0.10 \text{mm}$ のものが好ましく用いられる。

すなわち、本願発明の異形断面系を得るための製造は、三個以上の放射状に延びる主スリットの先端部に該スリットと交叉するように設けた副スリットを有し、下記(1)~(4)を満足する異形断面紡糸口金を用いて、紡糸孔1孔当りの吐出量が25 μ /分以下の条件下で熔融紡糸する製造方法の特徴とするものである。

$$1.5 \leq H_0 \leq 3 \quad (1)$$

$$0.03 \leq W_0 \leq 0.10 \quad (2)$$

$$0.8 \leq H_1 \leq 3 \quad (3)$$

$$0.03 \leq W_1 \leq 0.10 \quad (4)$$

ここで

H_0 : 異形断面オリフィスの中心点から主スリットの先端迄の距離(mm)

W_0 : 主スリットの幅(mm)

H_1 : 副スリットの長さ(mm)

W_1 : 副スリットの幅(mm)

である。

また、本発明において先端半径(r)およびθの値は、前記オリフィスのディメンションのみならず、オリフィス一孔当りの吐出量、紡速、冷却条件更には延伸条件といった種々の製糸条件によって変化するのはいうまでもないが、特に吐出量の影響は大きい。

第3図E及びFは従来方法に係るオリフィスの断面形状を示し、後述するように本発明に係る好ましい特性を有する異形断面糸は得られない。

本発明の効果は、異形断面糸の細溝部の毛管現象により、触媒が十分吸着され、均一かつ容易に金属被膜が形成されることにある。

本発明で得た導電性フィラメントは特殊用途の導線、シールド材料にも好適であるが、今までに見られなかった染色性を有しているため、衣料用の帯電防止繊維としての利用も大きく期待できる。

以下、実施例を挙げて本発明を詳しく説明する。なお、例中の体積固有抵抗は以下の方法で測定し

た。

体積固有抵抗($\Omega \cdot \text{cm}$)

試料を0.2%のアニオン活性剤の弱アルカリ水溶液中で電気洗濯機を用いて2時間洗濯後、水洗、乾燥してから長さ(L)10cm、繊度(D)1000デニールの繊維束に引き揃えて20℃、40%RHにて2日間調湿後、エレクトロメーターにより印加電圧1mVで試料の抵抗を測定し、次式により算出した。体積固有抵抗の大小で帯電防止性の尺度とした。

$$\rho = \frac{R \cdot D}{(9 \times 10^{-9}) L \cdot d}$$

(ここで、 ρ : 体積固有抵抗($\Omega \cdot \text{cm}$)

R : 抵抗(Ω)

D : 繊度(デニール)

L : 繊維試料長(cm)

d : 試料密度(g/cm)

である。)

また、染着の状態は染料 Eastman Polyester Dark Red FL (イーストマンコダック社商品名) 5.5% o.w.f を分散剤 Disper TL (明成化学工染社

商品名) 1g/L、ギ酸 0.1g/L とともに分散した染色中に1/100重量の繊維を浸漬し、30分で98℃まで昇温、そのまま60分間染色したものを水洗、乾燥した後、肉眼にて色相を判定した。

また、メッキ部分の最大厚みの平均値 \bar{m} およびそのばらつき σ_{n-1} は繊維断面の任意の五ヶ所の電子顕微鏡写真より求めた。

更に本発明を実施例により説明する。

実施例 1

酸化チタンを0.02%含有し、固有粘度 $[\eta]$ が0.65であるポリエチレンテレフタレート(を、第3図A~Fに見られる各種形状のオリフィスを36個有する紡糸口金を用いて290℃、吐出量36.2g/分の条件下で紡糸し、特殊な異形断面糸を捲取速度1400m/分で捲取った。本実施例ではオリフィスAの形状のものを使用した。

こうして得られた種々の異形断面糸延伸糸を用いて延伸温度が78℃、熱セット温度が165℃の条件で延伸を施し、延伸糸の切断伸び度が27%で繊度が75デニール、フィラメント数が36フィラメント

である延伸糸を得た。

このポリエステルフィラメントを70℃の25%水酸化ナトリウム水溶液に20分間浸漬通過させてアルカリ処理を行い、順次塩化第一錫-塩酸系増感浴、水洗浴および塩化パラジウム-塩酸系活性化浴中を浸漬通過させ、増感および活性化の前処理を行った。

次いで、このフィラメントをニッケル-次亜リン酸系酸性メッキ液浴中を通過させ、金属被膜を成長させ、水洗した。

前記で得られた導電性ポリエステルフィラメントを経糸および緯糸として用い、タフタの組織にて製織し、得られた織物を精練、ブレット、アルカリ処理および染色などの後工程を施し、同一色の無地染織物を得た。該織物について、ニッケル金属被膜の厚さ、体積固有抵抗値および染色性の結果を第1表に示す。

実施例2~4および比較例1~2

オリフィスAを第3図B~Fにかえたこと以外は実施例1と同様に行った結果を第1表に示す。

実施例5～7および比較例3～5

実施例1と同様なポリエチレンテレフタレートを用い、単糸の断面形状が、主幹の数が三個で突起部の数が三個である第3図Aの形状をしたオリフィスを36個有する紡糸口金を用い、オリフィス一孔当りの吐出量及びオリフィスのディメンジョンを適宜変更し、紡速1400m/分で種々の(η)及び(θ)を有する未延伸糸を得た。

こうして得られた(η)及び(θ)の異なる未延伸糸を用い、実施例1と同様に延伸、化学メッキ、製織、染色と一連の作業を施し、できた同色の無地染織物についてニッケル金属被膜の厚さ、体積固有抵抗値および染色性の結果を第2表に示す。

		第 1 表					
オリフィスの形状		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2
A		B	C	D	E	F	
主 幹 の 数		3	3	5	3	2	3
突起部の数		3	4	3	2	3	-
L		1.8	1.7	1.8	1.9	5.5	5.8
L / B		1.11	0.09	1.35	0.19	2.5	2.9
金属被膜厚さ(μ)	\bar{x}	0.33	0.32	0.32	0.11	0.14	0.07
	σ_{n-1}	0.063	0.062	0.063	0.071	0.07	0.12
体積固有抵抗(Ωcm)		6.3×10^{-4}	6.8×10^{-4}	9.7×10^{-4}	5.9×10^{-4}	9.9×10^{-4}	1.166
染 色 性		良 好	良 好	良 好	良 好	不 良	不 良
オリフィス ディメンジョン(mm)	H1/B1	1.8/2.4	1.8/2.4	1.8/2.5	1.8/2.0	1.5/2.4	-/2.0
	W1/H1	0.07/0.07	0.07/0.07	0.07/0.07	0.07/0.07	0.07/0.07	-/0.07

第 2 表

各種形状をしたオリフィスの断面形状である。

		実施例5	実施例6	実施例7	比較例3	比較例4	比較例5
オリフィスの形状		A					
主 幹 の 数		3					
突起部の数		3					
L (mm)		1.7	1.8	1.8	0.8	0.4	4.1
L / B		1.11	1.12	1.12	0.2	0.08	2.1
金属被膜厚さ(μ)	\bar{x}	0.31	0.33	0.25	0.08	0.10	0.07
	σ_{n-1}	0.061	0.063	0.059	0.13	0.09	0.11
体積固有抵抗(Ωcm)		6.4×10^{-4}	6.2×10^{-4}	6.0×10^{-4}	1.0×10^{-1}	9.9×10^{-1}	1.170
染 色 性		良 好	良 好	良 好	不 良	不 良	不 良
オリフィス 吐出量 (l/min)		1.2	1.5	1.3	1.4	0.5	1.4
オリフィス ディメンジョン(mm)	H1/B1	1.5/2.4	1.7/2.5	1.5/2.7	1.8/2.9	1.5/1.5	1.4/2.0
	W1/H1	0.07/0.07	0.07/0.07	0.07/0.07	0.07/0.12	0.07/0.07	0.07/0.07

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明に係るポリエステル異形断面糸の(η)および(θ)を測定するための模式図、第2図は本発明の異形断面糸の断面形状の一例を示す。第3図A、B、C、D、E、Fは本実施例に用いた

特許出願人 日本エステル株式会社
代理人 児 玉 雄 三

図1

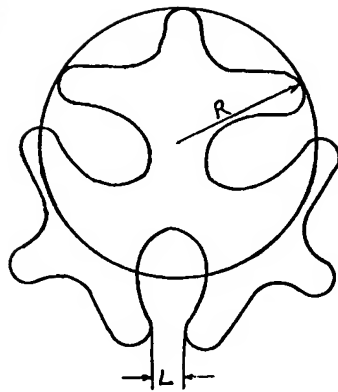


図2

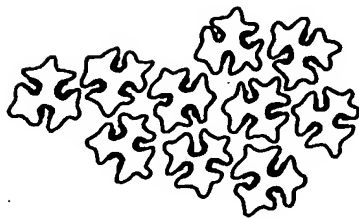
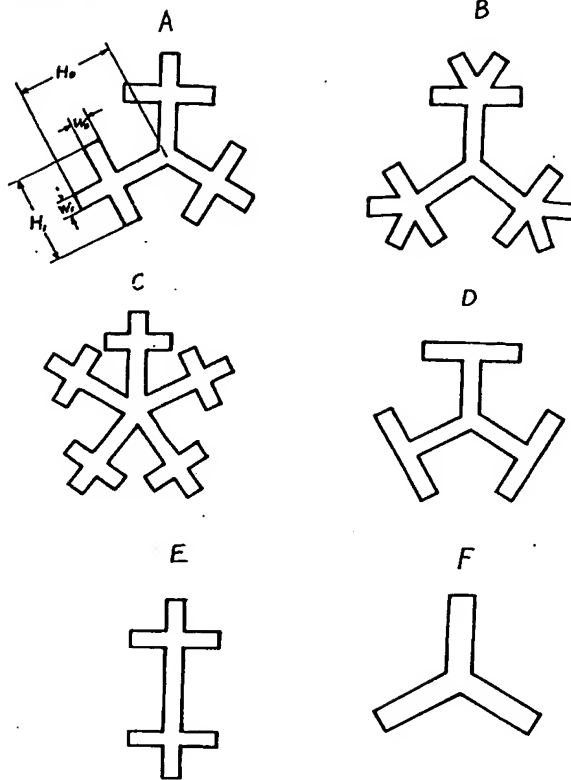


図3



手続補正書 (自発)

昭和59年 7月27日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

特願昭59-15447 号

2. 発明の名称

導電性フィラメントの製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 愛知県岡崎市日名北町4番地1

名 称 日本エステル株式会社

代表取締役 中 井 茂

4. 代 理 人

住 所 東京都文京区千石3-30-10

氏 名 (6257) 児 玉 雄 三

5. 補正の対象

願書の「発明の名称」の欄並びに明細書の「発明の名称」「特許請求の範囲」並びに「発明の詳細な説明」の欄

6. 補正の内容

(1) 願書の発明の名称の欄の「フィラメント」を「繊維」と補正する。

(2) 明細書の特許請求の範囲

別紙のとおり。

(3) 明細書の第1頁第3行目、第2頁の第1行目、第3行目、第4行目及び第7～8行目、第4頁の第13行目、第17行目及び第18行目、第5頁の第3行目及び第10行目、第7頁の第2行目及び第4行目、第11頁の第14行目にある「フィラメント」をそれぞれ「繊維」と補正する。

(4) 明細書第2頁の第18～19行目、第3頁の第3行目、及び第6頁の第19行目にある「合繊フィラメント」をそれぞれ「合成繊維」と補正する。

(5) 明細書第7頁の第8行目と第9行目の間に次の文を挿入する。

「なお、これらの各種前処理工程および化学メッキ処理工程においては、最終用途に応じ

て延伸糸をそのままあるいは織、編地としてから処理すればよい。」

特許請求の範囲

(1) ポリエステル繊維の表面に化学メッキを施すに際し、ポリエステル繊維の単繊維の断面形状が三個以上の放射状に延びる主幹と該主幹には主幹をはさんで反対方向に伸びる二個以上の突起部を有し、下記の式(1)および(2)を満足する異形断面糸を用いて化学メッキをすることを特徴とする導電性繊維の製造方法。

$$0.5 \leq L \leq 3 \quad (1)$$

$$0.3 \leq L/R \leq 2 \quad (2)$$

(ただし、式中Lは隣接する主幹に付属する突起部間の最小距離(ミクロン)を示し、Rは三個以上の突起部に外接する最小の円の半径(ミクロン)を示す。)